

Министерство образования и науки РФ
ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по науке
_____ Кружаев В.В.
«__» _____ 2013

ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.1.2.2.3 Плана реализации мероприятий Программы развития
УрФУ на 2013 год

ПО ТЕМЕ:
**Восходящий поток с переменным гидродинамическим режимом
применительно к переработке кислых никельсодержащих растворов**
(Заключительный)

Договор возмездного оказания услуг (выполнения работ, на создание произведения)
№1.2.2.3/37

Зав.кафедрой

(подпись, дата)

С.Ф. Катышев

Научный руководитель

(подпись, дата)

С.Ф. Катышев

Исполнитель

(подпись, дата)

А.Р. Бакиров

Екатеринбург 2013

Содержание

Содержание.....	2
Реферат.....	3
Введение.....	4
Синтез двойной аммонийной соли никеля.....	5
Очистка двойной аммонийной соли никеля.....	7
Твердофазная конверсия двойной соли в гидроксид.....	14
Заключение.....	17
Библиографический список.....	18

Реферат

1. ФИО автора: Бакиров Альфит Рафитович. Bakirov Alfit.
2. Аннотация:

По мере выработки месторождений происходит снижение среднего содержания никеля в сырье, что ведет к увеличению себестоимости товарного никеля. Особенно остро это отражается на предприятиях Урала, работающих на окисленных никелевых рудах, где среднее содержание никеля в рудах на уровне 1 %. Окисленные никелевые руды считаются небогатимыми, поэтому переработка их весьма затратная и сильно зависит от рыночной стоимости кокса и стоимости товарного никеля. Поэтому при снижении рыночной стоимости никеля предприятия Урала по переработки окисленных никелевых руд работают в убыток или вынуждены временно приостанавливать производство.

Для удовлетворения спроса никеля необходим переход к более совершенному использованию вторичного сырья и техногенных образований.

Более рационален способ переработки вторичного сырья с возвратом в ту же отрасль где и образовался отход производства. Т.е. сплавы и стали перерабатывать пирометаллургическими способами с получением компактного никеля или ферроникеля с возвратом в производство сталей и сплавов. А техногенные образования, представленные химическими соединениями никеля, карбонаты, гидроксиды, сульфаты и др., перерабатывать гидрометаллургическими методами с получением востребованных продуктов.

3. Ключевые слова: пульсационная колонна, гидроксид никеля, твердофазная конверсия, фракционирование, кристаллизация, сокристаллизация. The pulsation colon, hydroxide of Nickel, solid-phase conversion, fractionation, crystallization.
4. Тема отчета: «Восходящий поток с переменным гидродинамическим режимом применительно к переработке кислых никельсодержащих растворов»

Введение

Современное развитие промышленного производства связано с возрастающим потреблением цветных металлов. Неизбежное истощение природных ресурсов обязывает переходить к более совершенному использованию вторичного сырья и техногенных образований. Проблема рецикла никеля обусловлена сферой его потребления и сроком службы изделий.

Потребление никеля для производства сталей и сплавов на его основе представляет во времени цикл, определяемый десятками лет. Вопросы сбора и повторного использования никельсодержащих отходов этого аспекта можно считать удовлетворительно разрешенными. Переработка таких отработавших свой срок изделий не представляет трудности и успешно реализуется по всему миру. Большой интерес представляют изделия и материалы, имеющие короткий срок службы, возврат которых в сферу потребления менее длительный. Примером таких изделий и материалов могут служить катализаторы, щелочные аккумуляторы, отработанные травильные растворы и шламы гальванических производств, хвостовые маточные растворы медьэлектролитных заводов.

Большинство гидрометаллургических способов переработки никельсодержащих продуктов основано на растворении в серной кислоте. Неизбежный избыток обусловлен кинетикой процесса, а для хвостовых маточных растворов избыток кислоты усугублен присутствием большого количества примесных компонентов. Таким образом, система $\text{NiSO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4$ в присутствии примесных компонентов представляет собой научно-техническую проблему.

Большой избыток серной кислоты в традиционных процессах производства никелевого купороса в режиме упарки ведет к получению высокогигроскопичного продукта, что исключает его хранение и транспортировку. Высокое содержание примесей усложняет процесс получения продукта удовлетворительной чистоты. Выпарка растворов с большим избытком серной кислоты требует специального дорогостоящего оборудования и больших энергетических затрат. Таким образом, глубокое извлечение никеля из растворов на основе системы $\text{NiSO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4$ в присутствии примесных компонентов представляет научно-техническую проблему.

Основная часть

Синтез двойной аммонийной соли

Основной идеей работы является извлечение никеля из техногенных серноокислых растворов методом синтеза менее растворимой соли, чем сульфат. В качестве менее растворимой соли выбран двойной аммонийный сульфат никеля. Растворимость сульфата никеля и двойной аммонийной соли представлена на рисунке 1.

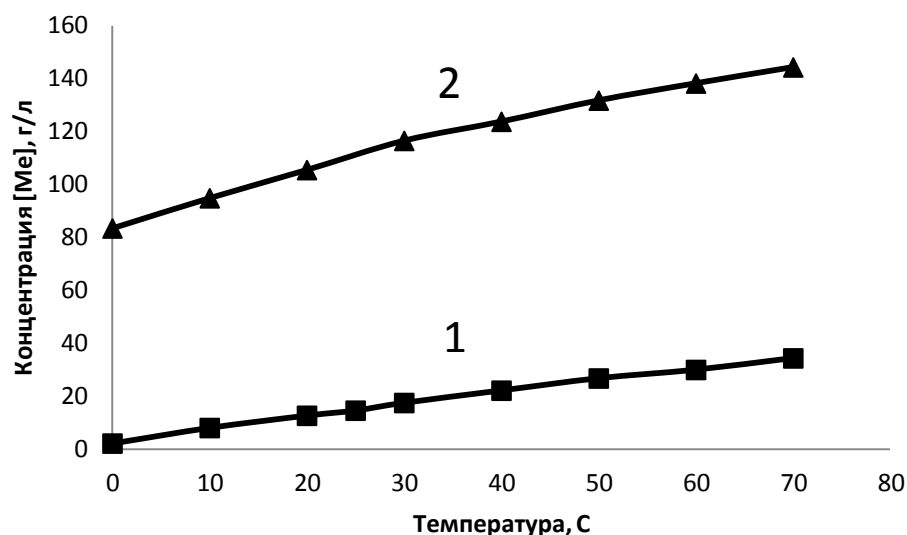


Рис.1 – Зависимость растворимости сульфата никеля и двойной аммонийной соли от температуры.

1 – двойная аммонийная соль никеля; 2 – сульфат никеля.

На основании представленных зависимостей (рис.1), можно сделать вывод о существенном различии растворимости двойной аммонийной соли никеля и сульфата, что позволит более полно извлечь никель из техногенных растворов.

Для проведения исследований использовались хвостовые маточные растворы Кыштымского медэлектrolитного завода (КМЭЗ), «Уралэлектромедь» (УЭМ) и отработанный электролит ТОО «Кастинг», состав которых приведен в таблице 1. Выбор данного типа растворов обусловлен наиболее сложным случаем, поскольку содержание примесных компонентов в растворе изменяется в широком диапазоне.

Отбор растворов КМЭЗ и УЭМ проводился в купоросном цехе из остаточного маточного раствора после отделения черногого никелевого купороса. Ввиду отсутствия на предприятие ТОО «Кастинг» купоросной схемы переработки отработанного электролита, отбор раствора проведен после операции обезмеживания. Исследование образцов растворов проведено атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой на спектрометре Optima 2100DV и на масс-спектрометре ELAN 9000.

Таблица 1

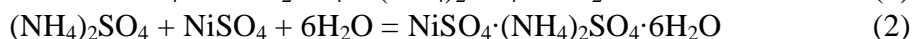
Состав используемых растворов

Элемент		Ni	Cu	Zn	As	Fe	Mg	H ₂ SO ₄
КМЭЗ	Содержание, г/л	56,0	1,5	3,5	22,1	2,7	2,5	235,7
УЭМ	Содержание, г/л	38,0	1,05	5,7	36,3	2,1	1,8	345,9
ТОО «Кастинг»	Содержание, г/л	19,4	8,5	5,6	-	3,0	0,3	140

Методика исследования состояла в проведении контролируемого процесса синтеза двойной аммонийной соли никеля из представленных растворов обработкой 25 % аммиачной водой. Определение основных технологических показателей процесса. Фракционирование суспензии двойной аммонийной соли никеля в пульсационной колонне.

Для проведения процесса синтеза двойной аммонийной соли никеля использовался реактор с механическим перемешивающим устройством оснащенный электронным рН-метром и термометром. Подача аммиачной воды осуществлялась в объем раствора через перфорированную трубку. Процесс экзотермический, температурный режим регулировали скоростью подачи аммиачной воды и поддерживали не выше 80 °С [1].

Химизм процесса нейтрализации избыточной серной кислоты и образование двойной аммонийной соли никеля можно описать следующими уравнениями:



Степень извлечения никеля и остаточная концентрация его в растворе представлены в таблице 2.

Таблица 2

Практические значения степени извлечения никеля и остаточной концентрации в растворе

Наименование раствора	Степень извлечения, %	Ост. [Ni], г/дм ³
КМЭЗ	98,8	0,21
УЭМ	99,5	0,08
ТОО «Кастинг»	92,4	0,97

Полученные при проведении балансовых опытов продукты двойной аммонийной соли никеля анализировались на содержание примесных компонентов и никеля, состав которых приведен в таблице 3. Вследствие отсутствия нормативно-технической документации на никель-аммоний сернокислый технической квалификации, для сравнения был приведен ГОСТ 4464-75 соответствующий продукту реактивной чистоты.

На основании химического анализа продуктов можно судить об эффективной очистке от большинства примесных компонентов в процессе синтеза двойной аммонийной соли никеля. Для примеси цинка и меди (для случая растворов ТОО «Кастинг») эффективность очистки менее выражена, но тем не менее она имеет значимую величину.

Повышенное содержание примеси меди в двойной соли никеля, полученной из растворов ТОО «Кастинг», объясняется относительно высоким содержанием меди в исходном растворе (на уровне 8,5 г/дм³). С экономической точки зрения целесообразно

проводить более глубокое обезмеживание раствора с возвратом меди в действующее производство.

Таблица 3

Состав двойной соли никеля

Наименование пробы	Содержание, % масс.								
	Осн. в-во.	Ni	Cu	Zn	Fe	Mg	Na	K	As
КМЭЗ	99,2	14,05	0,05	0,60	0,01	0,06	0,02	0,02	0,1
УЭМ	98,2	13,10	0,09	1,42	0,04	0,25	0,04	0,06	0,35
ТОО «Кастинг»	99,5	11,29	1,49	1,70	0,01	0,01	0,02	0,01	-
ГОСТ 4464-75	97,5	14,56-	0,002	0,02	0,002	0,1			-

На основании полученных результатов можно судить о высокой эффективности очистки в процессе синтеза двойной аммонийной соли никеля на фоне высокой степени извлечения. Несмотря на высокую эффективность, полученные продукты все же содержат некоторое количество примесей, что может привести к ограниченному спросу и существенному снижению реализационной стоимости. Для устранения рисков предложено проводить очистку полученных солей.

На основании полученных исследований предложено для удаления примесей неизоморфного характера использовать прием гидролитической очистки, а для более глубокой очистки использование фракционной кристаллизации.

Очистка двойной аммонийной соли никеля

Для проведения исследований по фракционированию примесей в процессе очистки кристаллов использовалась двойная аммонийная соль никеля, полученная из отработанного электролита ТОО «Кастинг» и хвостовых маточных растворов УЭМ.

В промышленной практике широкое распространение получила гидролитическая очистка растворов от примесей, имеющих более низкое значение pH начала образования гидроксидов и основных солей металлов. Принцип гидролитической очистки заключается в контролируемом смещении pH раствора с целью селективного осаждения примесей в виде гидроксидов или основных солей. Такой принцип используется и для очистки электролитов перед электролизом никеля. Именно по этой причине и был выбран этот принцип для исследования возможности очистки двойной аммонийной соли никеля от захваченных примесных компонентов.

Гидролитическая очистка двойной соли никеля проводилась в реакторе с механическим перемешивающим устройством. Реактор заполнялся водой и нагревался до температуры 85-95 °С. Затем при постоянном перемешивании в реактор загружалась двойная аммонийная соль никеля до достижения насыщенного состояния. После достижения насыщения, раствор обрабатывался аммиачной водой до заданного значения pH раствора. После обработки раствора аммиачной водой реакционный объем охлаждался до 25 °С. В процессе охлаждения идет кристаллизация двойной аммонийной соли никеля. После охлаждения система представлена смешанной суспензией кристаллов двойной

аммонийной соли никеля и аморфной фазы примесных компонентов. Отделение сгущенной пульпы от осветленного маточного раствора проводилась декантированием.

Для разделения сгущенной пульпы на аморфную и кристаллическую составляющие использовалась лабораторная пульсационная колонна с насадками типа КРИМЗ (рис.2).

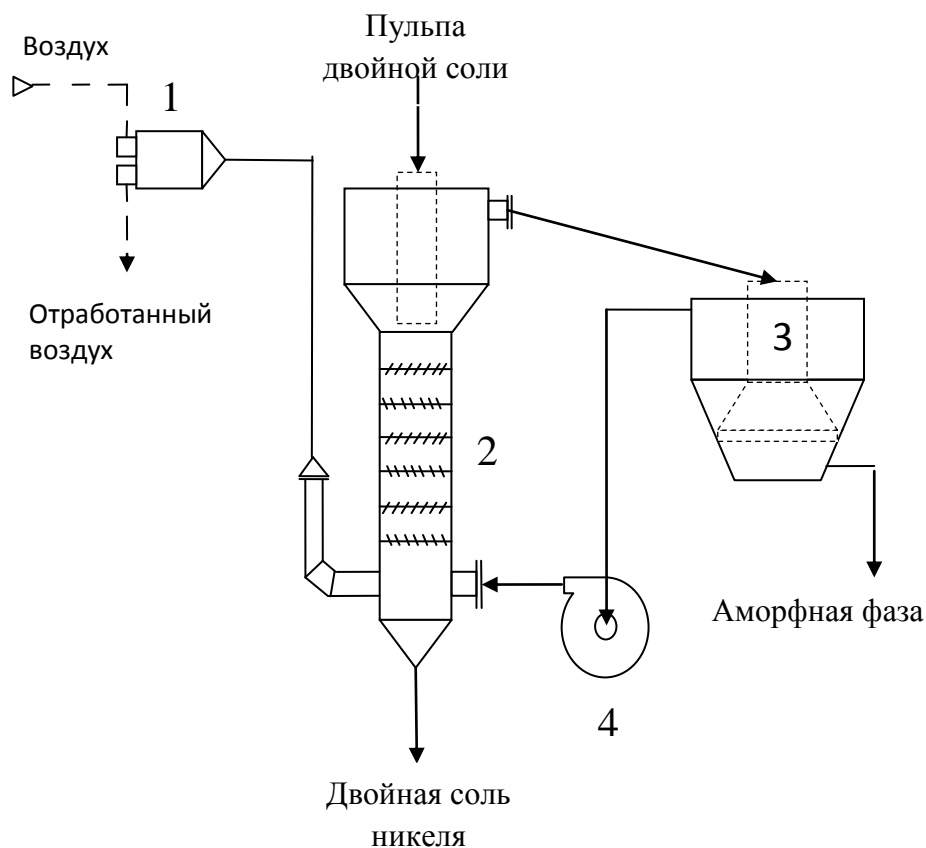


Рис. 2 – Лабораторная пульсационная колонна

1 – пневматический пульсатор; 2 – колонна с насадками КРИМЗ; 3 – отстойник; 4 – перистальтический насос.

Определена зависимость содержания примесных компонентов, меди и цинка, в двойной аммонийной соли никеля от условий проведения гидролитической очистки представлена на рисунке 3. Разделение пульпы на аморфную и кристаллическую фазы проводилось при линейной скорости восходящего потока 10 м/час.

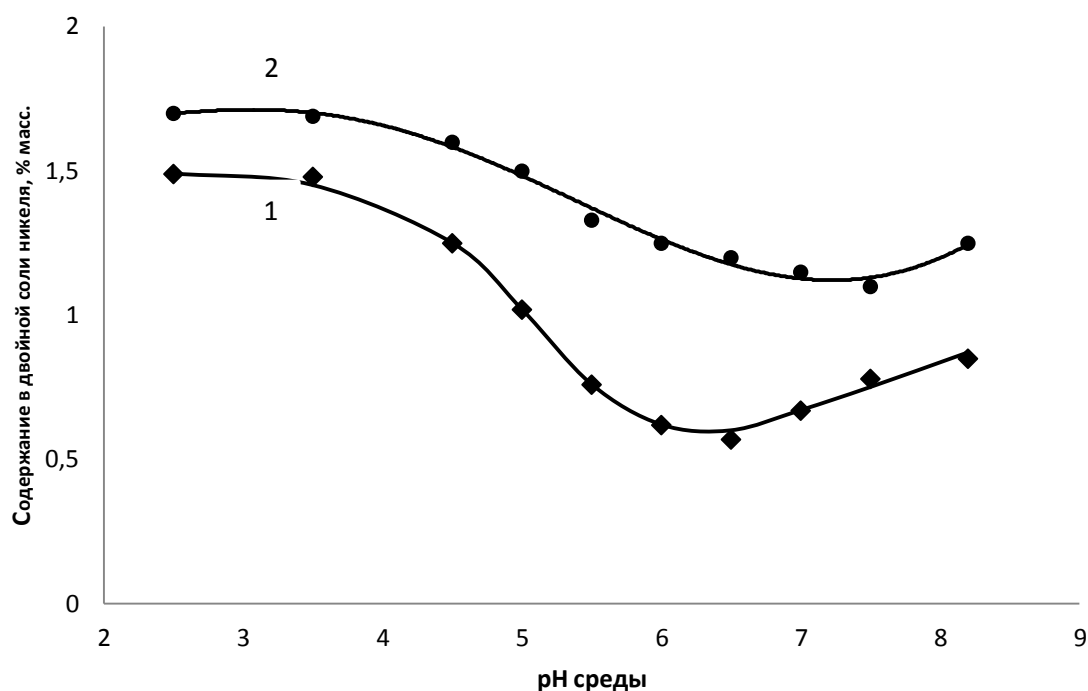


Рис.3 – Зависимость содержания меди и цинка в двойной аммонийной соли никеля от условий проведения гидролитической очистки.

1 – содержание примеси меди; 2 – содержание примеси цинк.

На основании полученным данным (рис.3) оптимальным можно считать условия проведения гидролитической очистки при pH раствора равного 7. При большем значении pH происходит обратное растворение примесей цинка и меди с образованием аммиачных комплексов, что ведет к загрязнению двойной соли никеля при кристаллизации.

Состав двойной аммонийной соли никеля после гидролитической очистки и аморфного осадка, в пересчете на сухое вещество, представлен в таблице 4

Таблица 4
Состав двойных солей никеля после гидролитической очистки

Наименование пробы	Содержание, % масс.								
	Осн. в-во.	Ni	Cu	Zn	Fe	Mg	Na	K	As
ТОО «Кастинг»	99,8	13,04	0,67	1,15	-	-	-	-	--
УЭМ	99,7	13,93	-	0,93	-	0,05	-	-	0,02
Аморфный осадок (ТОО «Кастинг»)	-	15,06	12,49	11,20	0,13	-	-	-	-
Аморфный осадок (УЭМ)	-	18,21	1,66	10,93	0,71	-	-	-	6,73

Использование аммиачной воды в качестве осадителя, при гидролитической очистки, не позволяет достигать высокой степени осаждения цинка и меди вследствие образования комплексных аммиакатов. Для примеси цинка достигнута степень осаждения на уровне 35-40 %, для примеси меди не более 55 %. Кроме того, при проведении гидролитической очистки неизбежно соосаждение никеля с аморфной фазой вследствие

поверхностной адсорбции, изоморфного замещения и гидролиза соли никеля при повышении pH раствора. Соосаждение никеля с аморфной фазой примесных компонентов составило 5-10 %.

Для глубокой очистки от примеси цинка предложено проводить противоточную фракционную перекристаллизацию.

Для проведения исследований фракционной кристаллизации использовались кристаллы двойной соли никеля после гидролитической очистки, состав которых приведен в таблице 4.

Определение механизма сокристаллизации изоморфных компонентов осуществляли на примере цинка и меди. Для определения практического коэффициента сокристаллизации использовался прием изогидрической кристаллизации из пересыщенного раствора при интенсивном перемешивании. Для этого двойную соль никеля растворяли в горячей воде с получением насыщенного раствора. Полученный насыщенный раствор помещали в термостат и охлаждали до заданной температуры при интенсивном перемешивании до полного снятия пересыщения в течение 3-4 часов. Далее устанавливали следующую температуру и продолжали процесс. Анализ проб проведен атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой на спектрометре Optima 2100DV.

Расчет степени кристаллизации вели по уравнению 3.:

$$\alpha_{тв} = \frac{C_{исх} - C_{м}}{C_{исх}} \cdot \frac{100}{100 - C_{м}} \quad (3)$$

где, $\alpha_{тв}$ - степень кристаллизации основного вещества из раствора, доли единиц;

$C_{исх}$ - концентрация основного вещества в исходном растворе перед началом кристаллизации, г/л;

$C_{м}$ - концентрация основного вещества в маточном растворе при конечных условиях кристаллизации.

Расчет экспериментального практического коэффициента сокристаллизации микропримеси осуществляли согласно уравнению 4.:

$$D = \frac{a_{тв}}{C_{тв}} : \frac{a_{м}}{C_{м}} \quad (4)$$

где, $a_{тв}$, $a_{м}$ - концентрация микропримеси в твердой фазе и маточном растворе соответственно;

$C_{тв}$, $C_{м}$ - концентрация основного вещества в твердой фазе и маточном растворе соответственно.

Для расчета коэффициентов очистки кристаллов ($K_{кр}$) и обогащения маточного раствора ($K_{м}$) использовали уравнения 5 и 6 [2]:

$$K_{кр} = \frac{a_{исх}}{C_{исх}} : \frac{a_{кр}}{C_{кр}} \quad (5)$$

$$K_{м} = \frac{a_{м}}{C_{м}} : \frac{a_{исх}}{C_{исх}} \quad (6)$$

Результаты фракционирования микропримеси цинка и меди представлены на рис. 4 и 5.

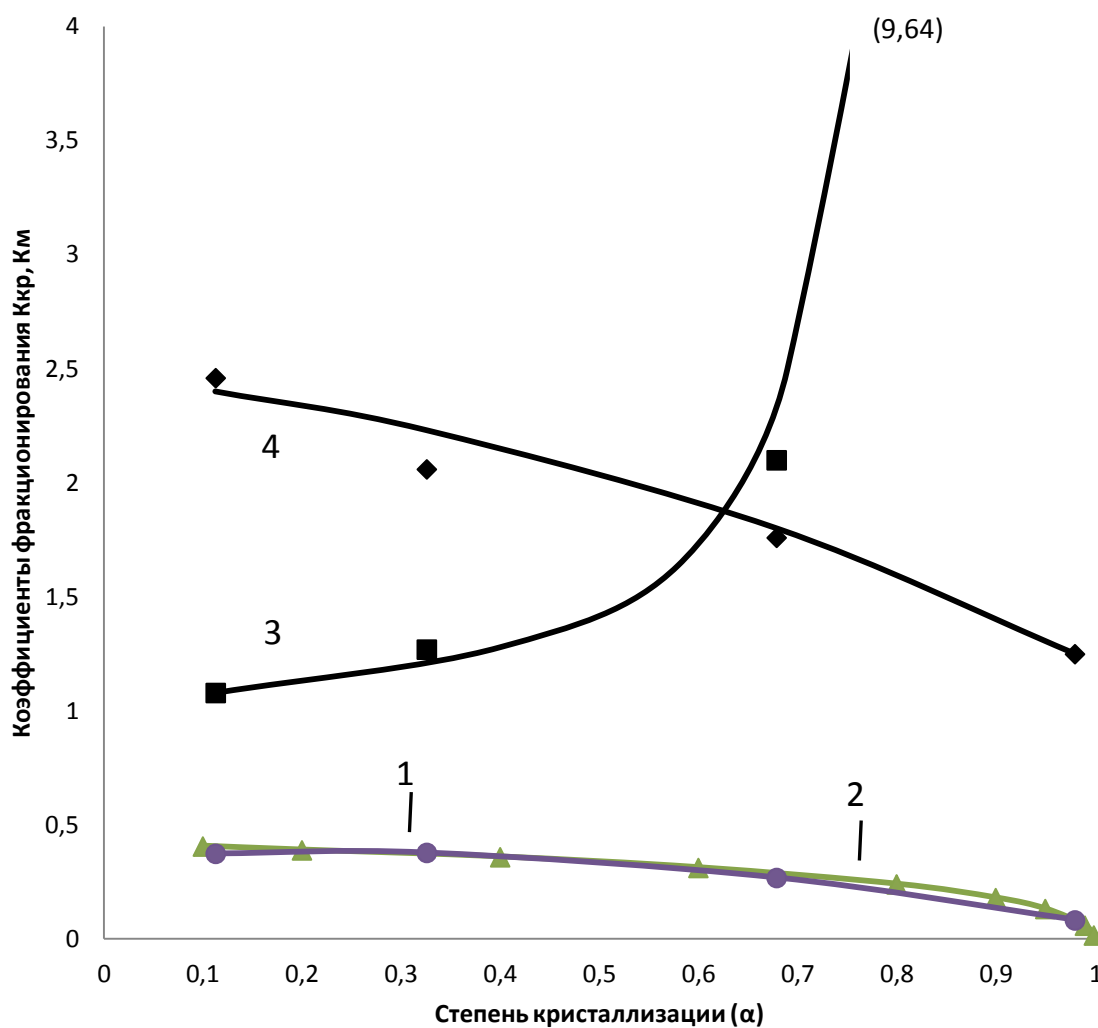


Рис.4 – Показатели процесса фракционной кристаллизации для микропримеси цинка.

1 - $D_{\text{практик}}$ полученное по экспериментальным данным; 2 - Результаты расчета $D_{\text{практик}}$ по уравнению Дернера-Хоскина; 3 – экспериментальные значения коэффициента обогащения маточного раствора; 4 – экспериментальные значения коэффициента очистки кристаллов.

Согласно данным представленным на рисунках 4 и 5 коэффициенты сокристаллизации, полученные экспериментальным путем в процессе фракционной кристаллизации двойной аммонийной соли никеля и расчетные удовлетворительно совпадают [3].

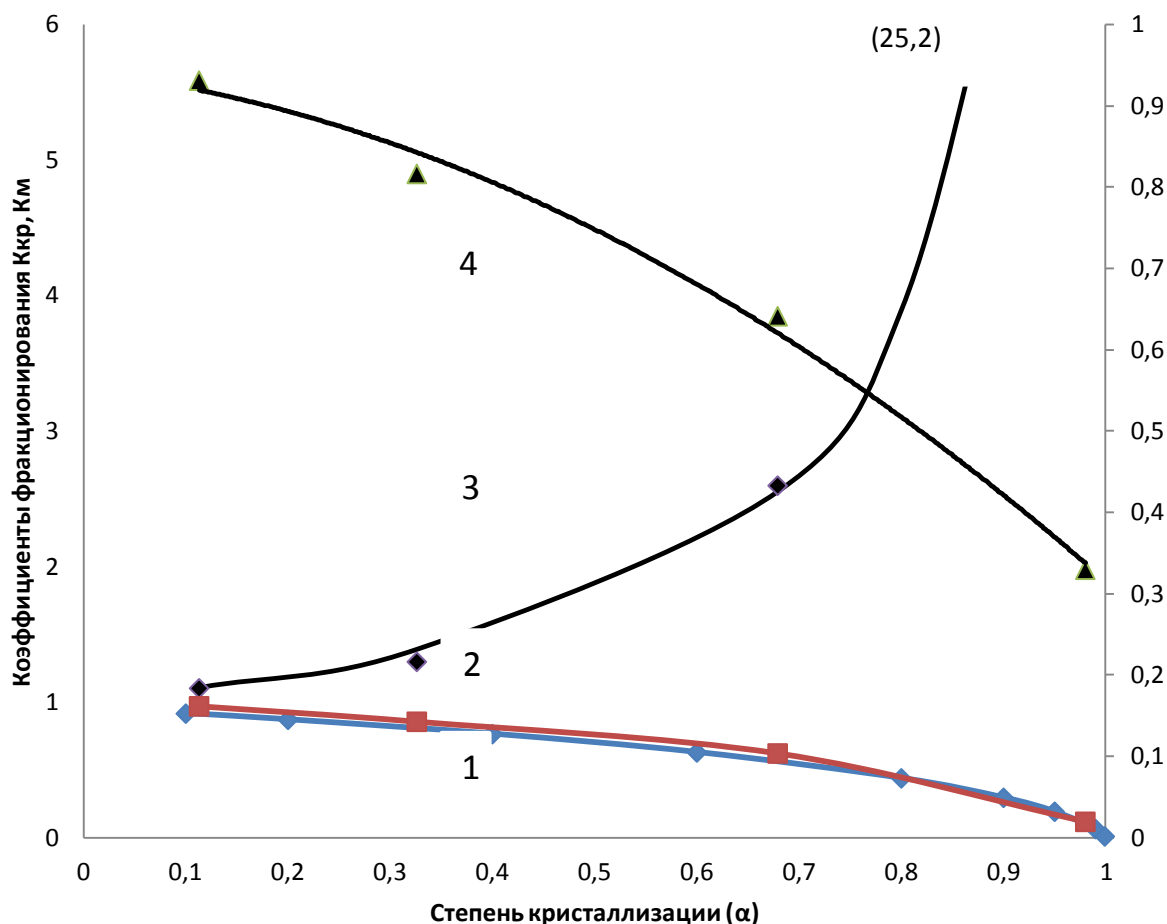


Рис.5 – Показатели процесса фракционной кристаллизации для микропримеси меди.

1 - Результаты расчета $D_{\text{практ}}$ по уравнению Дернера-Хоскинса; 2 - $D_{\text{практ}}$ полученное по экспериментальным данным; 3 – экспериментальные значения коэффициента обогащения маточного раствора; 4 – экспериментальные значения коэффициента очистки кристаллов.

Таким образом, при проведении процесса перекристаллизации двойной аммонийной соли никеля будет происходить очистка кристаллов от микропримеси цинка и меди. Эффективность очистки будет тем выше, чем меньше степень кристаллизации.

На основании полученных результатов по фракционированию микропримесей в процессе кристаллизации двойной аммонийной соли никеля можно рассчитать эффективность очистки и определить количество стадий перекристаллизации необходимых для получения продукта требуемой чистоты.

Для сопоставления полученных результатов была проведена противоточная перекристаллизация в каскаде из трех реакторов с тремя вводами дистиллированной воды на последних трех стадиях. Степень кристаллизации на каждой стадии поддерживали на уровне 0,8. Такая схема потоков позволяет провести до девяти стадий перекристаллизаций. Схема потоков в процессе противоточной перекристаллизации представлена на рисунке 6.

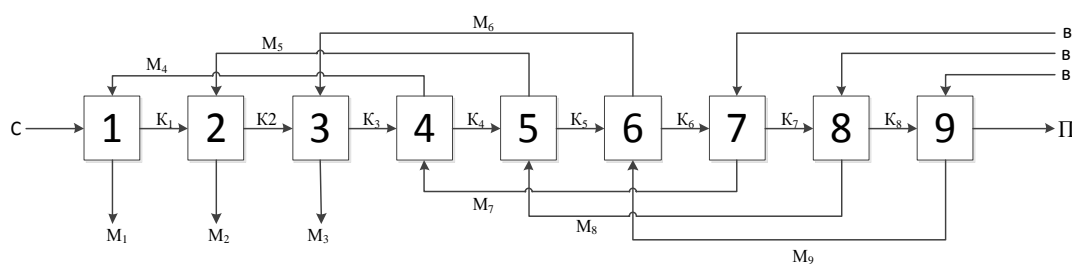


Рис.6 – Схема противоточной перекристаллизации.

С – исходная соль; К – кристаллы; М – маточные растворы после кристаллизации; В – вода; П – очищенный продукт; 1-9 – стадии процесса кристаллизации.

Исходная двойная аммонийная соль никеля загружалась в реактор, куда подавался маточный раствор с четвертой стадии перекристаллизации второго реактора. Полученная суспензия нагревалась при перемешивании до полного растворения кристаллов соли. После растворения, насыщенный раствор охлаждали из условия достижения заданной степени кристаллизации. После кристаллизации маточный раствор декантировался и выводился из системы. Полученные кристаллы направлялись на следующую стадию перекристаллизации, куда подавался маточный раствор пятой стадии перекристаллизации второго реактора. Аналогично проводились все остальные стадии перекристаллизации. На последние три стадии процесса вместо маточного раствора вводилась вода [4].

Результаты экспериментальных данных противоточной перекристаллизации двойной аммонийной соли никеля (ТОО «Кастинг»), полученной после гидролитической очистки, представлены на рисунке 7. Степень кристаллизации двойной аммонийной соли никеля поддерживалась на каждой стадии на уровне 0,8.

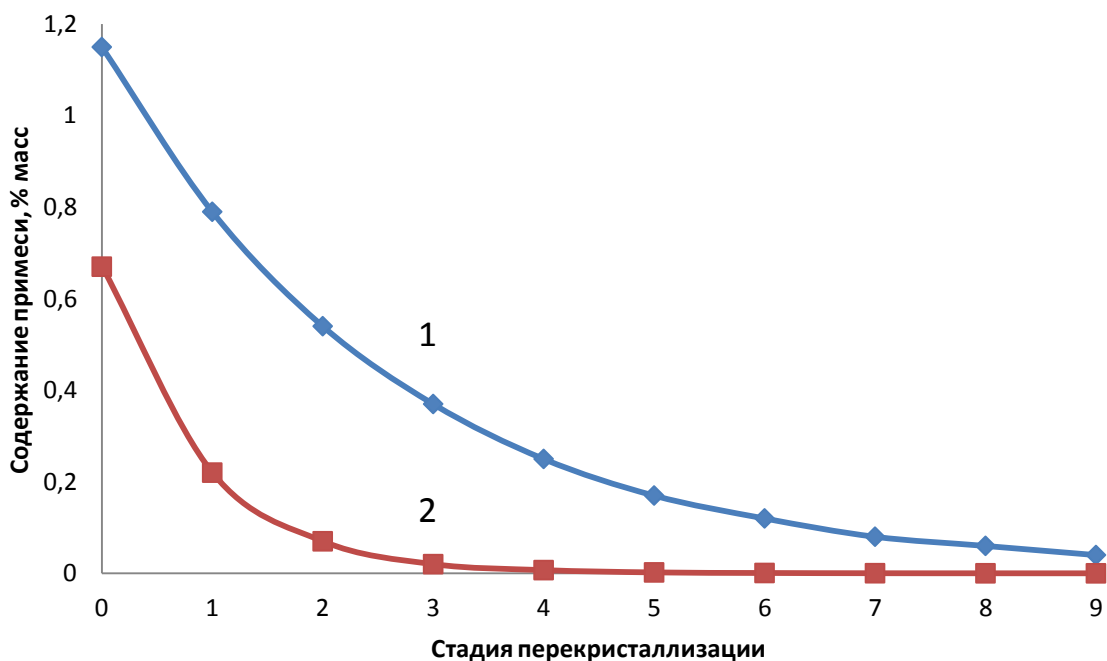


Рис.7 - Зависимость содержания микропримеси цинка и меди от стадии перекристаллизации.

1 – микропримесь цинка; 2 – микропримесь меди.

Данные противоточной перекристаллизации двойной аммонийной соли никеля удовлетворительно совпадают с расчетными.

Таким образом, количество стадий перекристаллизации зависит от требуемой чистоты продукта, исходного содержания микропримеси и степени кристаллизации двойной аммонийной соли никеля.

Химический состав двойной аммонийной соли никеля, полученной после девяти стадий противоточной кристаллизации, представлен в таблице 5.

Таблица 5

Состав двойной соли никеля после фракционной кристаллизации

Наименование пробы	Содержание, % масс.								
	Осн. в-во.	Ni	Cu	Zn	Fe	Mg	Na	K	As
ТОО «Кастинг»	99,5	14,74	следы	0,04	следы	н.о.	н.о.	н.о.	н.о.
УЭМ	99,4	14,77	н.о.	0,03	н.о.	н.о.	н.о.	н.о.	следы

н.о. – не обнаружено.

Полученные продукты по составу близки к двойной аммонийной соли никеля реактивной чистоты. Однако для нужд промышленности не всегда требуются сырье такой чистоты. Например, для чернового никелирования нет ограничения по содержанию цинка в двойной аммонийной соли, а для получения сферического гидроксида никеля содержание цинка в сырье, по отношению к никелю, должно быть менее 5%, или менее 0,75 % масс. в пересчете на двойную аммонийную соль никеля.

Применение фракционной кристаллизации для очистки двойной аммонийной соли никеля от примесей цинка и меди является эффективным приемом. Такой прием позволяет получить продукт практически любой чистоты.

Двойная аммонийная соль никеля имеет ограниченную область применения, что может привести к сложности ее реализации. Наиболее востребованным на рынке соединением никеля является его гидроксид. Следовательно, представляет практический интерес получение гидроксида никеля из его двойного аммонийного сульфата.

Твердофазная конверсия двойной соли в гидроксид

Для проведения исследований твердофазной конверсии двойной аммонийной соли никеля в гидроксид никеля (II) использовали никель-аммоний сернокислый полученный из модельных растворов.

Методика эксперимента заключалась в проведении твердофазной конверсии двойной аммонийной соли никеля в гидроксид (II) при различных концентрациях осадителя и температуре процесса. В качестве осадителя выбран раствор гидроксида натрия [5].

Исследования режимов синтеза гидроксида никеля (II) проводилось в реакторе периодического действия. Реактор заполнялся щелочным раствором заданной концентрации. Затем при непрерывном перемешивании в щелочной раствор подавалось расчетное количество кристаллической двойной соли никеля. После завершения подачи

реакционный объем выдерживался при перемешивании в течение 10-15 минут, затем пульпа сгущалась и осветленный раствор декантировался. Сгущенный осадок многократно промывался водой. Отделение гидроксида никеля проводилось на лабораторном вакуум фильтре [6].

Полученный гидроксид никеля (II) анализировался на удельную плотность, полную удельную поверхность.

Определена зависимость полной удельной поверхности и удельной плотности гидроксида никеля от исходной концентрации гидроксида натрия представленная на рисунке 8.

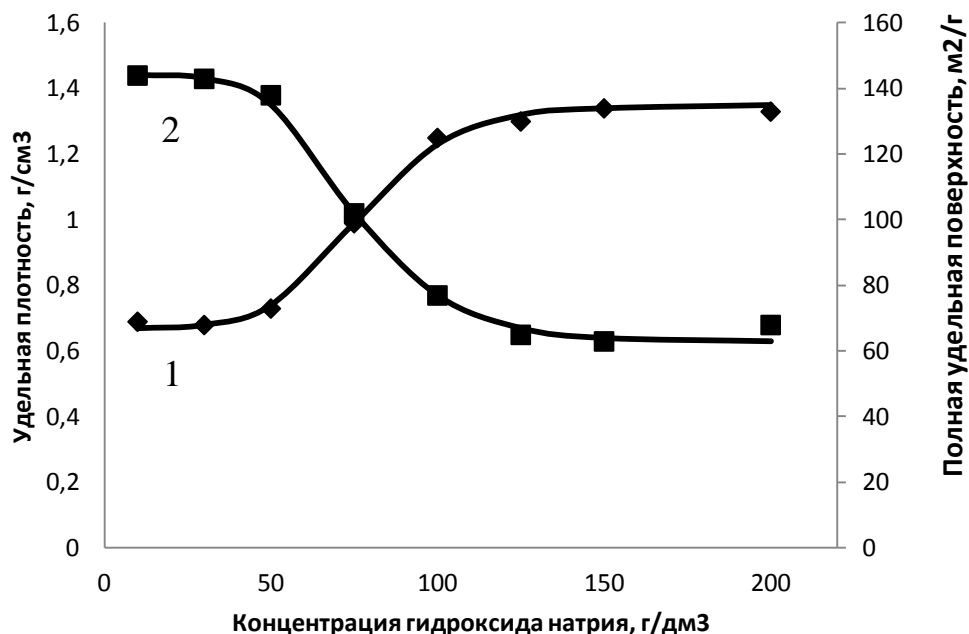


Рис.8 – Зависимость полной удельной поверхности и удельной плотности гидроксида никеля от концентрации гидроксида натрия.

1 – удельная плотность гидроксида никеля; 2 – полная удельная поверхность гидроксида никеля.

Согласно полученным данным, в процессе твердофазной конверсии двойной аммонийной соли никеля в гидроксид, при исходной концентрации гидроксида натрия менее 50 г/дм³, образуется продукт с высокоразвитой удельной поверхностью вплоть до 140 м²/г. Высокая удельная поверхность является одним из основополагающих параметров катализаторов. Поэтому, данный прием может найти применение в технологии получения катализаторов с высокоразвитой удельной поверхностью [7-9].

Зависимость полной удельной поверхности синтезируемого гидроксида никеля от концентрации осадителя имеет обратный характер, а плотность образующегося гидроксида никеля напрямую зависит от концентрации гидроксида натрия. При концентрации гидроксида натрия более 100 г/дм³ образуется продукт с удельной плотностью более 1,3 г/см³, что соответствует требованиям к гидроксиду никеля для активных масс положительных электродов щелочных аккумуляторов.

На рисунке 9 представлены фотографии образцов гидроксида никеля с полной удельной поверхностью 138 м²/г (а) и 66 м²/г (б).

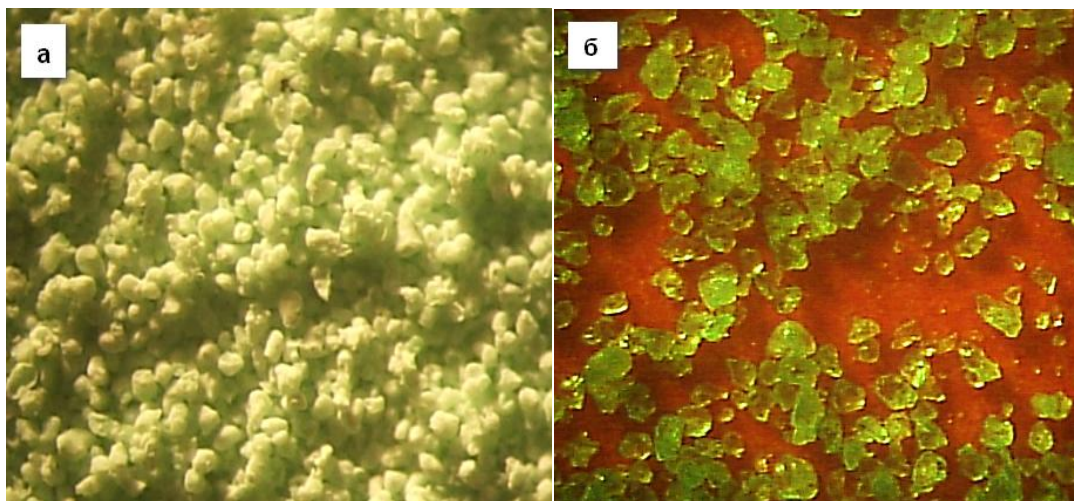


Рис. 9 – Фотография гидроксида никеля (II).

а – полная удельная поверхность $138 \text{ м}^2/\text{г}$; б – полная удельная поверхность $66 \text{ м}^2/\text{г}$.

Образец с высокой удельной поверхностью представлен полыми сферическими частицами. Образец с низкой удельной поверхностью по внешнему виду повторяет кристаллы двойной соли никеля использовавшейся при синтезе гидроксида никеля [10].

В процессе проведения исследований определена экспериментальная зависимость выхода аморфной и кристаллической фазы гидроксида никеля (II) от температуры процесса осаждения и аппаратного оформления процесса твердофазной конверсии (рис.10).

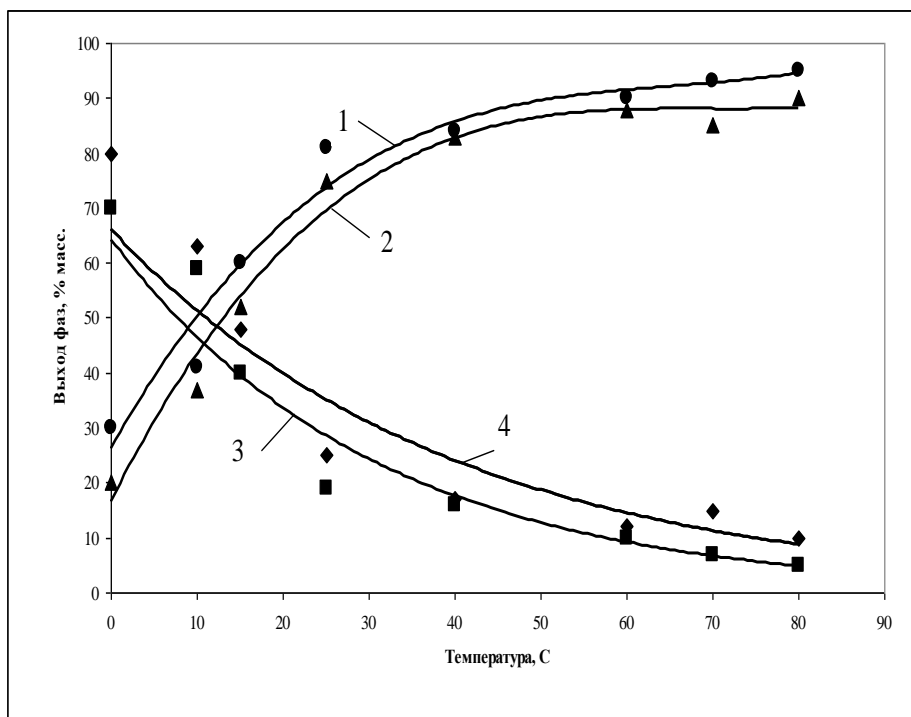


Рис.10 - Выход фаз гидроксидов никеля (II) от температуры процесса:

1, 2 – «кристаллический» при непрерывном и периодическом режимах соответственно;

3,4 – аморфный при непрерывном и периодическом режимах соответственно

Согласно полученным данным (рис.10) более предпочтительным является непрерывный способ получения гидроксида никеля (II), который обеспечивает больший выход кристаллического продукта. Оптимальный выход кристаллического гидроксида никеля наблюдается при температуре процесса осаждения более 40°C . При температуре менее 30°C наблюдается резкое увеличение образования аморфного гидроксида никеля.

Заключение

1. На основании проведенных исследований и анализа доступных источников информации установлено, что система сульфат никеля – серная кислота представляет большой научно-практический интерес для решения проблемы рецикла никеля в сфере его производства и потребления. Круг интересов может охватывать производство щелочных аккумуляторов, медеелектролитных заводов, гальванических участков машиностроения, производства катализаторов.
Для реализации разработанных технических решений использованы хвостовые маточные растворы медеелектролитных заводов, представляющие наиболее широкий спектр по составу примесных компонентов.
2. Определены особенности захвата примесей в процессе синтеза и кристаллизации двойной аммонийной соли никеля. Установлено, что железо (III) и мышьяк при достижении рН раствора 1,2 образуют собственную фазу, представленную арсенатом железа аморфной структуры. При значении рН более 2,5 в аморфную фазу переходят соединения меди и цинка. Образовавшаяся аморфная фаза представляет механическую смесь с кристаллами двойной соли никеля. В условиях сильнокислой среды, когда образование аморфных осадков невозможно, захват примесей меди, цинка, железа (II), кобальта и магния обусловлен замещением катиона никеля в кристалле двойной соли. Характерной особенностью является то, что содержание примесей в кристалле имеет прямую зависимость от степени кристаллизации. При этом содержание примесей имеет не постоянный характер, а уменьшается от периферии кристалла к центру. Изоморфный механизм захвата примесей наиболее полно описывается законом Дернера-Хоскинса.
3. Предложенное техническое решение - обработка растворов аммиачной водой в режиме синтеза двойной соли с последующим фракционированием, позволило достичь высоких показателей по извлечению никеля с одновременной эффективной очисткой от примесных компонентов. При этом степень извлечения никеля тем выше, чем выше исходное содержание свободной серной кислоты в растворе.
4. Впервые для разделения аморфной и кристаллической фаз реализован процесс фракционирования в восходящем потоке с переменным гидродинамическим режимом с применением пульсационных колонн. Установлено, что предложенный прием позволяет наиболее полно разделить механическую смесь на составляющие. Метод оказался эффективным как для очистки двойной соли, так и для фракционирования гидроксида никеля (II). Применение восходящего потока для производства гидроксида никеля (II) позволило сократить расход промывных вод более чем в три раза.
5. Выявлена зависимость формы образующегося в процессе твердофазной конверсии гидроксида никеля (II) от концентрации щелочного реагента в растворе. Варьированием щелочности раствора может быть получен продукт с широким диапазоном полной удельной поверхности (25-150 м²/гр.).

Библиографический список

1. Бакиров А.Р. Регенерация никеля щелочных аккумуляторов / А.Р. Бакиров, В.А. Низов, С.Ф. Катышев // Тез. докл. Российской молодежной научной конференции. – Екатеринбург: УрГУ, 2011. – С. 317-318.
2. Девярых Г.Г. Получение и анализ веществ особой чистоты/ Г.Г. Девярых. М.: Наука, 1974. – 240 с.
3. Бакиров А.Р. Фракционирование примесей в процессе кристаллизации сульфата никеля аммонийного шестиводного / А.Р. Бакиров, В.А. Низов, С.Ф. Катышев// Цветные металлы. 2012. - №11. – С. 32-35.
4. Разработка технологии утилизации отработанного электролита: Отчет НИР (заключ.) / УрФУ; рук. В.А. Низов; исполн. А.Р. Бакиров. – Екатеринбург, 2013. – 43 с.
5. ГОСТ 4328-77. Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия. Введ. – 1978.07.01. М.: Издательство стандартов. 2001. – 12 с.
6. Бакиров А.Р. Пульсационные колонны в технологии получения гидроксида никеля (II) / А.Р. Бакиров, В.А. Низов, С.Ф. Катышев // СУЭБ. В 2 т. Екатеринбург: УрФУ. 2012. – Т.1. – С. 87-92.
7. Дзисько В.А. Физико-химические основы синтеза окисных катализаторов / В.А. Дзисько, А.П. Карнаухов, Д.В. Тарасова. Новосибирск: Наука. 1978. – 382 с.
8. Колесников М.И. Катализ и производство катализаторов / М.И. Колесников. М.: Техника. 2004. – 400 с.
9. Панченко Г.М. Химическая кинетика и катализ / Г.М. Панченко, В.П. Лебедев. М.: Химия. 1985. – 592 с.
10. Бакиров А.Р. Конверсия сульфатов никеля в гидроксид (II) / А.Р. Бакиров, В.А. Низов, С.Ф. Катышев // Цветные металлы. 2012. - №5. – С. 18-21.